TCVN **TIÊU CHUẨN QUỐC GIA**

TCVN 8998:2018

ASTM E 415-17

Xuất bản lần 2

THÉP CACBON VÀ THÉP HỢP KIM THẤP - PHƯƠNG PHÁP PHÂN TÍCH THÀNH PHẦN HÓA HỌC BẰNG QUANG PHỔ PHÁT XẠ CHÂN KHÔNG

Standard Test Method for Analysis of Carbon and Low-Alloy Steel by Spark Atomic Emission Spectrometry

HÀ NỘI - 2018

Lời nói đầu

TCVN 8998:2018 thay thế TCVN 8998:2011.

TCVN 8998:2018 hoàn toàn tương đương ASTM E 415-17.

TCVN 8998:2018 do Ban kỹ thuật tiêu chuẩn quốc gia TCVN/TC 17 *Thép* biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng đề nghị, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

Thép cacbon và thép hợp kim thấp - Phương pháp phân tích thành phần hóa học bằng quang phổ phát xạ chân không

Standard Test Method for Analysis of Carbon and Low-Alloy Steel by Spark Atomic Emission Spectrometry

1 Phạm vi áp dụng

1.1 Tiêu chuẩn này quy định phương pháp thử để xác định đồng thời 21 nguyên tố hợp kim và các nguyên tố khác trong thép cacbon và thép hợp kim thấp bằng phép đo phổ phát xạ nguyên tử tia lửa trong chân không ở phạm vi hàm lượng theo Bảng 1.

Bảng 1 - Phạm vi hàm lượng

Nguyên tố	Phạm vi của thành phần, %	
	Phạm vi áp dụng, thành phần khối lượng % [A]	Phạm vi định lượng, thành phần khối lượng % [B]
Nhôm	0 đến 0,093	0,006 đến 0,093
Antimon	0 đến 0,027	0,006 đến 0,027
Asen	0 đến 0,1	0,003 đến 0,1
Bo	0 đến 0,007	0,0004 đến 0,007
Canxi	0 đến 0,003	0,002 đến 0,003
Cacbon	0 đến 1,1	0,02 đến 1,1
Crom	0 đến 8,2	0,007 đến 8,14
Coban	0 đến 0,20	0,006 đến 0,20
Đồng	0 đến 0,5	0,006 đến 0,5
Mangan	0 đến 2,0	0,03 đến 2,0
Molipđen	0 đến 1,3	0,007 đến 1,3
Niken	0 đến 5,0	0,006 đến 5,0
Niobi	0 đến 0,12	0,003 đến 0,12
Nitơ	0 đến 0,015	0,01 đến 0,015
Photpho	0 đến 0,085	0,006 đến 0,085
Silic	0 đến 1,54	0,02 đến 1,54
Lưu huỳnh	0 đến 0,055	0,001 đến 0,055
Thiếc	0 đến 0,061	0,005 đến 0,061
Titan	0 đến 0,2	0,001 đến 0,2
Vanađi	0 đến 0,3	0,003 đến 0,3
Ziriconi	0 đến 0,05	0,01 đến 0,05

[A] Phạm vi áp dụng phù hợp với ASTM E 1763 và các kết quả báo cáo phù hợp với ASTM E 1950.
[B] Phạm vi định lượng phù hợp với ASTM E 1601.

CHÚ THÍCH 1: Phạm vi thành phần theo khối lượng đã liệt kê được xác lập thông qua thử nghiệm kiểm tra đối chiếu các vật liệu chuẩn (tham chiếu).

1.2 Phương pháp thử này bao gồm quy định đối với các mẫu thử có đường kính đủ để bịt kín phần lỗ phát tia lửa của máy khi đưa mẫu vào phân tích. Chiều dày mẫu thử có thể thay đổi cho phù hợp với thiết kế của phần giá đỡ mẫu của máy, nhưng thích hợp nhất là chiều dày ở trong khoảng từ 10 mm đến 38 mm.

1.3 Tiêu chuẩn này quy định việc phân tích kiểm tra thường xuyên trong quá trình sản xuất gang, thép và phân tích vật liệu gia công. Việc phân tích này sử dụng đối với các vật mẫu được đúc bằng khuôn kim loại, được cán và được rèn. Hiệu suất tốt nhất có được khi mẫu chuẩn và mẫu phân tích có thành phần và trạng thái luyện kim tương tự. Tuy nhiên không đòi hỏi tất cả các ứng dụng phải tuân theo tiêu chuẩn này.

1.4 Tiêu chuẩn này không đề cập tới sự an toàn. Trách nhiệm của người sử dụng tiêu chuẩn này là thiết lập sự an toàn thích hợp và thực hành thoải mái cũng như xác định việc sử dụng có những điều chỉnh về giới hạn trước khi dùng.

1.5 Tiêu chuẩn này được biên soạn phù hợp với các nguyên tắc đã được thừa nhận trên phạm vi quốc tế về tiêu chuẩn hóa.

2 Tài liệu viện dẫn

Các tài liệu viện dẫn sau rất cần thiết cho áp dụng tiêu chuẩn này. Đối với các tài liệu viện dẫn ghi năm công bố thì chỉ áp dụng phiên bản đã nêu. Đối với các tài liệu viện dẫn không ghi năm công bố thì áp dụng phiên bản mới nhất, bao gồm cả các sửa đổi, nếu có.

ASTM E 29, *Practice for using significant digits in test data to determine conformance with specifications (Thực hành sử dụng các chữ số có nghĩa trong các dữ liệu thử, kiểm tra để xác định sự phù hợp với điều kiện kỹ thuật).*

ASTM E 135, *Terminology relating to analytical chemistry for metals, ores, and related materials (Thuật ngữ có liên quan đến hóa học phân tích cho các kim loại, quặng và các vật liệu có liên quan).*

ASTM E 305, *Practice for establishing and controlling atomic emission spectrochemical analytical curves (Quy trình kỹ thuật cho thiết lập và hiệu chỉnh các đường cong phân tích hóa-quang phổ phát xạ nguyên tử).*

ASTM E 350, *Test methods for chemical analysis of carbon steel, low-alloy steel, silicon electrical steel, ingot iron, and wrought iron (Các phương pháp thử cho phân tích hóa học thép cacbon, thép hợp kim thấp, thép silic kỹ thuật điện, thép thỏi, thép gia công áp lực).*

ASTM E 406, *Practice for using controlled atmospheres in spectrochemical analysis (Quy trình kỹ thuật cho sử dụng môi trường có kiểm soát trong phân tích hóa-quang phổ).*

ASTM E 1019, *Test methods for determination of carbon, sulfur, nitrogen, and oxygen in steel, iron, nickel, and cobalt alloys by various combustion and fusion techniques (Các phương pháp thử cho xác định cacbon, lưu huỳnh, nitơ và oxy trong thép, gang, các hợp kim coban và niken bằng các kỹ thuật đốt cháy và nung chảy khác nhau).*

ASTM E 1329, *Practice for verification and use of control charts in spectrochemical analysis (Quy trình kỹ thuật cho kiểm tra xác minh và sử dụng các biểu đồ kiểm tra trong phân tích hóa-quang phổ).*

ASTM E 1601, *Practice for conducting an interlaboratory study to evaluate the performance of an analytical method (Quy trình kỹ thuật cho tiến hành nghiên cứu giữa các phòng thí nghiệm để đánh giá chất lượng của một phương pháp phân tích).*

ASTM E 1763, *Guide for interpretation and use of results from interlaboratory testing of chemical analysis methods (withdrawn 2015) (Hướng dẫn giải thích và sử dụng các kết quả từ thử nghiệm, kiểm tra giữa các phòng thí nghiệm các phương pháp phân tích hóa học).*

ASTM E 1806, *Practice for sampling steel and iron for determination of chemical composition (Quy trình kỹ thuật cho lấy mẫu thép và gang để phân tích thành phần hóa học).*

ASTM E 1950, *Practice for reporting results from methods of chemical analysis (Quy trình kỹ thuật về báo cáo các kết quả từ các phương pháp phân tích hóa học).*

ASTM E 2972, *Guide for production, testing, and value assignment of in-house reference materials for metals, ores, and other related materials (Hướng dẫn cho sản xuất, thử nghiệm và ấn định giá trị của các vật liệu tham chiếu của công ty đối với các kim loại, quặng và các vật liệu có liên quan khác).*

ASTM MNL. 7 *Manual on presentation of data and control chart analysis (Sách hướng dẫn trình bày các dữ liệu và phân tích biểu đồ hiệu chỉnh).*

3 Thuật ngữ và định nghĩa

Tiêu chuẩn này áp dụng các thuật ngữ và định nghĩa được cho trong ASTM E 135.

4 Bản chất phương pháp

4.1 Sự phóng điện của một tụ được sinh ra giữa một bề mặt phẳng, là mặt nền của vật mẫu hình đĩa tròn và một điện cực được tạo dáng hình côn. Sự phóng điện kết thúc tại một thời điểm có cường độ định trước với một vạch phổ chọn lọc của sắt hoặc tại một thời gian định trước và năng lượng phát xạ tương đối của vạch phổ phân tích được ghi lại. Các vạch phổ có độ nhạy nhất là của asen, bo, cacbon, nitơ, photpho, lưu huỳnh và thiếc nằm trong vùng cực tím chân không. Sự hấp thu bức xạ bởi không khí trong vùng này được khắc phục bằng cách tạo chân không cho phổ kế hoặc sử dụng một khí trong suốt truyền tia cực tím trong chân không (VUV) và làm sạch buồng tia lửa bằng khí acgon.

5 Ý nghĩa và sử dụng

5.1 Phương pháp thử này dùng để phân tích kim loại và hợp kim bằng quang phổ chủ yếu để thử nghiệm các loại vật liệu xem có phù hợp với các thông số kỹ thuật về thành phần hóa học. Điều quan trọng là tất cả những ai sử dụng phương pháp này phải là những nhà phân tích có khả năng thực hiện một cách thành thạo và an toàn các phương thức thông thường của phòng thí nghiệm. Do đó, việc phân tích được thực hiện trong một phòng thí nghiệm được trang bị một cách phù hợp.

6 Thiết bị, dụng cụ

6.1 Thiết bị và dụng cụ lấy mẫu

6.1.1 Tham khảo ASTM E 1806 về thiết bị, dụng cụ và quy trình kỹ thuật để lấy mẫu gang, thép ở thể lỏng và rắn.

6.2 Nguồn kích thích, có khả năng cung cấp các thông số điện cho việc phát ra tia lửa một mẫu. Xem chi tiết ở 11.1.

6.3 Buồng phát tia lửa, được làm sạch tự động bằng khí acgon. Buồng phát tia lửa phải được lắp trực tiếp vào máy quang phổ và phải được gắn một giá đỡ phát tia lửa để giữ một vật mẫu phẳng và một điện cực dạng thanh nằm thấp hơn phía đối diện.

Tuân theo khuyến nghị của nhà sản xuất về làm sạch buồng phát tia lửa. Trong quá trình vận hành liên tục, nên làm sạch hàng ngày (cứ mỗi 24 h). Tuân theo khuyến nghị của nhà sản xuất về làm sạch ống kính hoặc cửa sổ đầu vào (có thể chỉ thị các dữ liệu kiểm tra hoặc các dữ liệu về cường độ của mẫu tham chiếu khác khi cần thiết).

6.4 Các vạch phổ - Bảng 2 liệt kê các vạch phổ và các mẫu chuẩn bên trong có thể sử dụng được cho thép cacbon và thép hợp kim thấp. Phổ kế phải có khả năng đo được ít nhất là một trong các vạch phổ đã liệt kê cho mỗi nguyên tố trong các nguyên tố đã liệt kê. Có thể sử dụng các vạch phổ khác so với các vạch phổ đã đưa ra trong Bảng 2 với điều kiện là có thể chứng minh rằng thực nghiệm chúng có độ chính xác tương đương với độ chính xác của các vạch phổ trong Bảng 2.

6.5 Hệ thống đo đạc, phổ kế có khả năng chuyển đổi các cường độ ánh sáng thành các tín hiệu điện có thể đo được. Hệ thống đo có thể gồm một trong các cấu hình sau:

6.5.1 Một hệ bộ nhân quang điện (PMT) có các điều chỉnh điện áp riêng, các tụ điện trong đó lưu trữ các tín hiệu ra của mỗi bộ nhân quang, một hệ thống đo điện áp để ghi lại các điện áp trên các tụ điện một cách trực tiếp hoặc gián tiếp và các cơ cấu chuyển mạch cần thiết để cung cấp trình tự vận hành mong muốn.

6.5.2 Một hệ (mảng) bộ tách sóng (bộ dò) bán dẫn (CCD hoặc CMOS), các bộ điện tử chọn điểm ảnh (pixel) để đặt lại các điểm ảnh và để chuyển tải điện áp của một điểm ảnh riêng tới một hoặc nhiều cổng ra của các hệ bộ tách sóng, và một hệ thống đo điện áp để ghi điện áp của các cổng ra đã nói trên.

6.5.3 Một cấu trúc hydric sử dụng cả các hệ bộ nhân quang điện và các hệ bán dẫn.

Bảng 2 - *(Tiếp theo)*

Nguyên tố	Bước sóng λ, nm	Phân loại vạch phổ [A]	Sự giao thoa có thể có [B]
	298,92	II	Mn, V, Ni, Nb, Mo
	267,72	II	Mn, Mo, W
Coban	345,35	I	Cr, Mo
	228,62	II	Ni, Cr
	258,03	II	Fe, Mn, W
Đồng	212,3	II	Si
	324,75	I	Mn, Nb
	327,40	I	Nb
	224,26	II	W, Ni
	213,60	II	Mo, Cr
	510,55	I	W
	136,14	II	
	157,40	II	
	172,24	II	
	174,28	II	
	179,34	I	
	182,88	II	
	205,13	I	
	216,20	I	
	217,81	I	
	218,65	II	
	226,76	II	
	235,12	II	
	239,15	I	
	277,21	I	
	281,33	I	
	285,18	I	
	296,69	II	
	297,05	I	
	299,95	I	
	300,81	I	
	303,74	I	
	304,76	I	
Sắt (IS)	305,91	I	
	316,79	I	
	517,16	I	
	321,33	II	
	487,21	I	
	458,38	II	
	413,70	I	
	410,75	I	
	383,63	I	
	363,83	I	
	339,93	I	
	328,68	I	
	308,37	I	
	282,33	I	
	249,59	I	
	226,76	II	
	218,65	II	
	216,20	I	

6.6 Đường quang – Nếu dụng cụ được vận hành khi sử dụng khí trong suốt VUV thì phải kiểm tra độ tinh khiết của khí do nhà sản xuất đề nghị. Có thể cần phải có một hệ thống làm sạch khí gồm có một máy bán tuần hoàn và một hộp làm sạch để duy trì lượng O_2 còn sót lại (g) < 500 ng/g và lượng H_2O còn sót lại (g) <1 µg/g và loại bỏ các tạp chất nitơ và hidrocacbon. Nếu dụng cụ đang sử dụng một bơm chân không thì bơm này nên có khả năng duy trì độ chân không 3,33 Pa (25 µmHg) hoặc nhỏ hơn.

CHÚ THÍCH 2: Thường sử dụng một bơm có dung tích làm việc ít nhất là 0,23 m^3/min (8 ft^3/min) là thích hợp.

6.7 Hệ thống dẫn khí gồm có một nguồn cung cấp khí acgon có sự điều chỉnh áp suất và lưu lượng. Phải có sự sắp xếp tự động theo trình tự quá trình vận hành dòng chảy ở một tốc độ đã cho trong một khoảng thời gian riêng. Có thể điều chỉnh lưu lượng bằng tay hoặc tự động. Hệ thống dẫn khí acgon phải phù hợp với quy trình kỹ thuật của E406.

7 Thuốc thử và vật liệu

7.1 Điện cực đối lập – Các điện cực đối lập có thể là các thanh tròn bằng bạc hoặc vonfram hoặc bằng vật liệu khác miễn là nó biểu hiện qua thử nghiệm độ chính xác và thế hiệu dịch tương đương. Đường kính thanh tròn có thể thay đổi từ 1,5 mm đến 6,5 mm (tùy thuộc vào nhà chế tạo thiết bị) và đầu thanh được gia công chủ yếu theo một góc 90° hoặc 120° .

Một chất kết tủa đen sẽ tập trung trên đầu nhọn của điện cực. Nên loại bỏ chất kết tủa này giữa các mẫu thử (thường dùng bàn chải dây thép). Nếu không được lấy đi, chất kết tủa này có thể làm suy giảm toàn bộ cường độ của bức xạ quang phổ hoặc di chuyển các lượng nhỏ nhất nhiễm bẩn giữa các mẫu thử hoặc xảy ra cả hai trường hợp. Số lượng các vết cháy có thể chấp nhận được trên một điện cực thay đổi từ một dụng cụ này sang một dụng cụ khác nên được niêm yết trong mỗi phòng thí nghiệm.

Bảng 2 - Mẫu chuẩn bên trong và các vạch phổ phân tích

Nguyên tố	Bước sóng λ, nm	Phân loại vạch phổ [A]	Sự giao thoa có thể có [B]
Nhôm	396,15	I	Mo
	394,40	I	V, Mn, Mo, Ni
	308,22	I	V, Mn
Antimon	217,6	I	Ni, Nb, Mn, W
Asen	189,04	I	V, Cr
	197,20	I	Mo, W
	193,76	I	Mn
Bo	345,13	II	S, Mn, Mo
	182,64	I	W, Mn, Cu
	182,59	I	
Canxi	393,37	II	
	396,85	II	Nb
Cacbon	165,81	I	Cr
	193,09	I	Al
Crom	312,26	II	V
	313,21	II	
	425,44	I	

Bảng 2 - *(Kết thúc)*

Nguyên tố	Bước sóng λ, nm	Phân loại vạch phổ [A]	Sự giao thoa có thể có [B]
	193,53	II	
	190,48	I	
	187,75	II	
	149,65	II	
	271,44	II	
	273,07	II	
	492,39	I	Co
Chì	405,75	I	Mn
Mangan	293,31	II	Cr, Mo, Ni
	255,86	II	Zr
	263,82	II	Al, W
Molipđen	379,83	II	Mn
	202,03	II	
	277,54	I	Cu, V, Co, Mn
	281,61	II	Mn
	386,41	I	V, Cr
Niken	471,44	I	
	227,73	II	
	341,48	I	
	352,45	I	
	231,60	II	Co, Ti
	227,02	II	Nb, W
	243,79	II	Co, Fe, Ni
Niobi	313,08	II	Ti, V
	319,50	II	Mo, Al, V
Nitơ	149,26	I	Fe, Ti, Si, Mn, Cu, Ni và nitrua được tạo thành với các nguyên tố như Ti
Photpho	178,29	I	Mo
Silic	288,16	I	Mo, Cr, W
	251,61	I	Fe, V
	212,41	I	Mo, Ni, V, Cu, Nb
	390,55	I	Cr, Cu, W, Ti
Lưu huỳnh	180,73	I	Mn
Thiếc	147,52	II	
	189,99	II	Mn, Mo, Al
Titan	308,80	I	Cu, Co
	337,28	II	Nb
Vonfram	324,20	II	Nb
	400,88	I	
	202,99	II	Ti, V, Mn
	220,50	II	Co
Vanadi	437,92	I	
	310,23	II	Fe, Mo, Nb, Ni
Zirconi	468,78	I	
	349,62	II	
	343,82	II	W
	206,19	II	W

[A] Các chữ số I hoặc II trong cột phân loại vạch phổ chỉ ra rằng vạch phổ đã được phân loại trong một hệ thuật ngữ và được ấn định rõ cho nguyên tử thông thường (I) hoặc cho từng nguyên tử ion hóa (II).

[B] Các giao thoa phụ thuộc vào thiết kế dụng cụ, sự lựa chọn vạch phổ, các điều kiện kích thích và các điều kiện đã liệt kê đòi hỏi phải có sự xác nhận dựa trên các mẫu thử được lựa chọn đặc biệt là để chứng minh cho các giao thoa còn nghi ngờ.

CHÚ THÍCH 3: Đã có báo cáo cho biết có hàng ngàn vết cháy xuất hiện trên một điện cực vonfram trước khi cần phải thay thế.

8 Vật liệu chuẩn

8.1 Vật liệu chuẩn được công nhận (CRM) – Có sẵn tại Viện Tiêu chuẩn và công nghệ quốc gia (NIST) và các nguồn khác và bao gồm toàn bộ hoặc một phần các phạm vi thành phần theo khối lượng đã liệt kê trong 1.1. Các vật liệu tham chiếu này được sử dụng để hiệu chuẩn phổ kế đối với các nguyên tố được quan tâm hoặc hợp thức hóa sự thực hiện phương pháp kiểm. Không nên sử dụng CRM như vật liệu kiểm tra hoặc để xác lập tính lặp lại của quá trình đo hóa chất.

CHÚ THÍCH 4: Vật liệu tham chiếu được chứng nhận do NIST sản xuất được bán trên thị trường với tên gọi "Vật liệu chuẩn tiêu chuẩn".

8.2 Vật liệu chuẩn (RM) – Các vật liệu này sẵn có cho sử dụng xuất phát từ nhiều nhà cung cấp hoặc có thể được triển khai ở công ty hoặc doanh nghiệp. Các vật liệu tham chiếu thường được sử dụng cho các quy trình kiểm tra (vật liệu kiểm tra) và trong hiệu chỉnh độ trôi (tiêu chuẩn hóa) của phổ kế và cũng có thể sử dụng các vật liệu này trong hiệu chuẩn. Các vật liệu tham chiếu phải đồng nhất và chứa các thành phần theo khối lượng thích hợp của mỗi nguyên tố dùng cho mục đích đã dự định. Để sản xuất các vật liệu tham chiếu của riêng mình, cần tham khảo ASTM E 2972.

8.3 Một vài vấn đề có thể tác động đến lựa chọn và sử dụng CRM và RM

8.3.1 Các mẫu thử và các vật liệu tham chiếu có thể các biểu hiện khác nhau về cấu trúc luyện kim, đặc biệt là có các cỡ kích thước, thành phần và sự phân bố khác nhau của các tạp chất. Sự phân bố không đồng nhất của các tạp chất có thể ảnh hưởng xấu đến tính lặp lại của các phép đo riêng cho các nguyên tố có trong các tạp chất. Một số tạp chất có thể được loại bỏ trong các bước đốt cháy sơ bộ trước khi lấy tích phân các cường độ sẽ dẫn đến kết quả thấp. Có thể sử dụng các mẫu thử điển hình cho xác định tính lặp lại của các phép đo riêng để có sự đánh giá thích hợp với chất lượng sử dụng của các mẫu thử trong thực tế.

8.3.2 Đối với một số nguyên tố, có thể không sẵn có các vật liệu tham chiếu cho sử dụng có cấu trúc luyện kim tương tự như cấu trúc luyện kim của các mẫu thử điển hình. Vì thế, sự hiệu chuẩn có thể bị sai lệch. Trong trường hợp này nên hợp thức hóa các kết quả bằng cách sử dụng các mẫu thử điển hình đã được phân tích bằng các phương pháp thử theo ASTM E 350 và ASTM E 1019.

9 Chuẩn bị mẫu thử và vật liệu chuẩn

9.1 Phải chuẩn bị các mẫu thử và vật liệu tham chiếu theo cùng một cách. Một mẫu thử được cắt từ một phôi mẫu thử lớn phải có đủ kích thước và chiều dày cho chuẩn bị mẫu thử và lắp được một cách phù hợp với giá đỡ phổ kế. Mẫu thử có chiều dày 10 mm đến 38 mm thường được sử dụng nhiều nhất trong thực tế.

9.2 Bảo đảm cho các mẫu thử không có các vết rỗ và hốc nằm trong vùng được đo (Chú thích 5). Ban đầu, mài bề mặt mẫu thử bằng đai mài hoặc đĩa mài có độ hạt 50 đến 80 (ướt hoặc khô) hoặc phay bề

mặt. Nếu mài ướt, cần mài lần cuối bằng đai mài hoặc đĩa mài khô. Có thể sử dụng phương tiện mài với hạt mài mịn hơn (ví dụ, độ hạt 120) cho mài lần cuối, nhưng không nhất thiết phải sử dụng phương tiện mài này.

CHÚ THÍCH 5: Mẫu thử không nên có độ xốp vì có thể dẫn đến sự phóng điện "kiểu khuếch tán" không thích hợp trong khi cần có sự phóng điện "kiểu tập trung". Nên giữ bề mặt mẫu thử ở trạng thái sạch vì mẫu thử là nguồn phát điện tử, và các bề mặt có dính dầu mỡ, bụi bẩn sẽ ngăn cản sự phát ra điện tử.

9.2.1 Các vật liệu tham chiếu và các mẫu thử phải được làm khô lần cuối trên đai mài hoặc đĩa mài trước khi được đo lại trên cùng một diện tích.

10 Chuẩn bị thiết bị

CHÚ THÍCH 6: Các hướng dẫn cho trong phương pháp kiểm này áp dụng cho hầu hết các phổ kế. Tuy nhiên, một số chỉnh đặt và điều chỉnh có thể đòi hỏi phải có sự cải tiến và chuẩn bị bổ sung cho thiết bị. Phạm vi của một phương pháp kiểm ASTM không bao hàm sự mô tả tỉ mỉ, chi tiết của việc chuẩn bị thiết bị, việc chuẩn bị này có thể khác nhau không chỉ đối với mỗi nhà sản xuất mà còn khác nhau đối với các thiết bị khác nhau của cùng một nhà sản xuất. Để có sự mô tả chi tiết hơn về vận hành của một phổ kế cụ thể, cần tham khảo sách hướng dẫn của nhà sản xuất.

10.1 Lập chương trình cho phổ kế để sử dụng các vạch phổ tiêu chuẩn bên trong phổ kế và một trong các vạch phổ phân tích cho mỗi nguyên tố đã liệt kê trong Bảng 2. Có thể sử dụng nhiều vạch phổ cho một nguyên tố đã cho (ví dụ như niken) tùy thuộc vào phạm vi thành phần theo khối lượng và phần mềm của phổ kế.

10.2 Kiểm tra sự định vị của rãnh vào phổ kế để đảm bảo cho bức xạ đính đang đi vào buồng phổ kế. Yêu cầu này phải được thực hiện lúc ban đầu và thường xuyên khi cần thiết để duy trì độ thẳng hàng của rãnh vào. Tuân theo các quy trình được khuyến nghị của nhà sản xuất. Phòng thí nghiệm sẽ xác định tần suất của việc định vị độ thẳng hàng dựa trên tính năng của dụng cụ.

10.3 Định vị và độ thẳng hàng của rãnh ra thường do nhà sản xuất thực hiện khi lắp ráp phổ kế. Trong các trường hợp thông thường, không cần thiết phải có độ thẳng hàng thêm nữa của rãnh ra (chú thích 7).

CHÚ THÍCH 7: Cách và tần suất định vị hoặc kiểu vị trí của các rãnh ra sẽ phụ thuộc vào các yếu tố như kiểu phổ kế, sự biến đổi của các vấn đề phân tích thường gặp và tần suất sử dụng. Mỗi phòng thí nghiệm nên lập ra một quy trình kiểm thích hợp có sử dụng các kỹ sư bảo dưỡng có tay nghề thành thạo.

11 Đốt nóng và phơi nhiễm

11.1 Các thông số điện

11.1.1 Các thông số điện thường do nhà sản xuất phổ kế thiết lập. Các phạm vi sau được dùng làm hướng dẫn và có thể thay đổi đối với các dụng cụ mới hơn:

	Phóng điện của tụ điện khởi động
Điện dung, µF	10 đến 15
Điện cảm, µH	50 đến 70
Điện trở, Ω	3 đến 5
Điện áp, V	940 đến 1000
Dòng điện, A, r-f	0,3 đến 0,8
Số lần phóng điện	60

11.1.2 Khi thiết lập các giá trị của thông số điện cần duy trì chúng một cách cẩn thận. Sự thay đổi của điện áp nguồn cung cấp không được vượt quá ± 5% và nên ưu tiên duy trì trong phạm vi ± 2%.

11.1.3 Mạch khởi đầu – Các thông số của mạch khởi đầu phải đủ để khởi động một cách đồng đều sự phóng điện của tụ điện. Các giá trị chỉnh đặt sau được sử dụng làm hướng dẫn và có thể thay đổi đối với các dụng cụ mới hơn.

Điện dung, µF	0,0025
Điện cảm, µH	Phần còn lại
Điện trở, Ω	2,5
Điện áp đỉnh, V	18000

11.1.4 Các thông số điện khác – Có thể sử dụng các thiết bị kích thích trên đó không có các thông số chính xác đã cho trong 11.1.1 và 11.1.3 với điều kiện là có thể chứng minh được bằng thực nghiệm chúng có độ chính xác tương đương và chấp nhận được.

11.2 Điều kiện đốt nóng và đo – các phạm vi sau thường được xem là đầy đủ và thích hợp:

Thời gian xịt làm sạch bằng acgon, s	5 đến 15	
Thời gian đốt nóng trước, s	5 đến 20	
Thời gian phơi nhiễm, s	3 đến 30	
Lưu lượng acgon	ft^3/h	L/min
Xịt làm sạch	5 đến 45	2,5 đến 25
Đốt nóng trước	5 đến 45	2,5 đến 25
Phơi nhiễm	5 đến 30	2,5 đến 15

11.2.1 Lựa chọn các khoảng thời gian đốt nóng trước và phơi nhiễm sau khi khảo sát các tốc độ làm bay hơi trong quá trình đốt nóng mẫu thử. Một khi đã được thiết lập, cần duy trì các thông số này một cách thích hợp.

11.2.2 Cần có một môi trường acgon có độ tinh khiết cao tại khoảng phóng điện dùng cho phân tích. Các tạp chất khí ở dạng phân tử như nitơ, oxy, hyđro, cacbon hoặc hơi nước trong hệ thống khí hoặc từ các mẫu thử được chuẩn bị không tốt nên được giảm tới mức tối thiểu.

11.3 Hệ thống điện cực – Mẫu thử, với tư cách là âm cực được sử dụng như một điện cực. Điện cực đối diện là một thanh vonfram hoặc bạc có đầu nhọn được gia công tạo thành góc côn 90^0 hoặc 120^0. Sử dụng khoảng phóng điện phân tích 3 mm, 4 mm hoặc 5 mm (± 0,1mm). Ổn định hóa một điện cực đối diện mới có hai đến sáu vết cháy khi sử dụng các điều kiện vận hành đã mô tả trong 11.1 và 11.2.

11.4 Điện áp của bộ nhân quang – Độ nhạy cảm của các bộ nhân quang thường do nhà sản xuất phổ kế xác lập và chỉnh đặt dựa trên các bước sóng cụ thể đã lựa chọn.

11.5 Hệ bộ tách sóng bán dẫn – Trong các dụng cụ mới hơn, các hệ bộ tách sóng bán dẫn đang được thay thế bằng các bộ nhân quang điện (PMT). Chiều rộng của các điểm ảnh (pixel) riêng phải tương tự như chiều rộng của các rãnh ra được sử dụng trong các dụng cụ thông thường có trang bị các PMT.

12 Hiệu chuẩn, tiêu chuẩn hóa và kiểm tra

12.1 Hiệu chuẩn – Khi sử dụng các điều kiện đã cho trong 11.1 – 11.3, đo các chất hiệu chuẩn và các mẫu hiệu chỉnh độ trôi điện áp theo một trình tự ngẫu nhiên khi đỡ chúng bằng giá công xôn cùng với các hệ đo của bất cứ các vật liệu nào được dự định sử dụng làm chất kiểm tra. (Một chất hiệu chuẩn có thể được sử dụng sau này như một chất kiểm tra. Xem 8.1). Phải có ít nhất là ba chất hiệu chuẩn cho mỗi nguyên tố, bao hàm phạm vi thành phần theo khối lượng yêu cầu. Đo mỗi chất hiệu chuẩn, mẫu hiệu chỉnh độ trôi, và kiểm tra hai đến bốn lần và sử dụng giá trị trung bình. Nếu hệ thống phổ kế và phần mềm cho phép, lặp lại với các trình tự ngẫu nhiên khác nhau ít nhất là hai lần. Khi sử dụng các giá trị trung bình cho mỗi điểm, xác định các đường cong phân tích theo hướng dẫn trong phần mềm của nhà sản xuất phổ kế hoặc quy trình kỹ thuật của ASTM E 305.

12.2 Tiêu chuẩn hóa – Theo khuyến nghị của nhà sản xuất, cần chuẩn hóa cho lần điều chỉnh ban đầu hoặc bất cứ lúc nào nhận biết được hoặc có nghi ngờ rằng các số đọc đã bị trôi. Thực hiện các hiệu chỉnh cần thiết rằng điều chỉnh các bộ điều khiển sự chỉ thị hoặc áp dụng sự hiệu chỉnh số học. Phải thực hiện sự chuẩn hóa bất cứ lúc nào khi kiểm tra chỉ ra rằng các số chỉ thị đã vượt ra ngoài phạm vi kiểm soát theo thống kê. Trong trường hợp hiệu chỉnh tự động do phần mềm của phổ kế thực hiện, phải tuân theo các hệ số chuẩn hóa hoặc các độ dịch chuyển hoặc cả hai. Các hệ số hoặc các độ dịch chuyển, hoặc cả hai thường được giới thiệu trong phần mềm của phổ kế sau khi chuẩn hóa hoặc được lưu trữ trong các tập tin (file) nhập đưa vào, hoặc cả hai. Cần tham khảo sách hướng dẫn sử dụng dụng cụ hoặc nhà sản xuất dụng cụ để truy cập thông tin này.

12.3 Kiểm tra – Cần kiểm tra để bảo đảm rằng sự chuẩn hóa dụng cụ có hiệu lực ngay sau mỗi lần chuẩn hóa theo yêu cầu phù hợp với 12.3.2.

12.3.1 Phân tích các bộ kiểm tra phù hợp với Điều 13. Nếu các kết quả không nằm trong phạm vi các giới hạn kiểm tra được xác lập trong 12.4 cần tiến hành chuẩn hóa một lần nữa hoặc phân tích xem vì sao dụng cụ có thể bị trục trặc.

12.3.2 Mỗi phòng thí nghiệm phải xác định tần suất kiểm tra cần thiết dựa trên sự phân tích thống kê. Thông thường cứ 4 h đến 8 h kiểm tra một lần là thích hợp. Nếu các kết quả không nằm trong phạm vi

các giới hạn kiểm tra được xác lập trong 12.4, cần thực hiện một lần chuẩn hóa và lặp lại sự kiểm tra. Lặp lại sự chuẩn hóa khi cần thiết để các kết quả kiểm tra ở trong phạm vi các giới hạn kiểm tra hoặc nghiên cứu thêm về các vấn đề của dụng cụ.

12.4 Kiểm tra chất lượng – Xác lập các giới hạn kiểm tra phù hợp với ASTM MNL 7, quy trình kỹ thuật theo ASTM E 1329 hoặc quy trình kiểm tra chất lượng tương đương khác.

13 Phép đo

13.1 Đặt bề mặt đã được chuẩn bị của mẫu thử trên giá đỡ mẫu thử sao cho phép đo sẽ tác động đến một vị trí đã biết đại diện cho toàn bộ mẫu thử.

CHÚ THÍCH 8: Đối với một số phổ kế, một mẫu thử được đốt nóng đúng thường biểu lộ một vòng màu sẫm xung quanh vùng bị rỗ do tia lửa. Đối với thiết bị này, một vết cháy màu sáng, có cấu trúc trơn nhẵn, không có vòng đặc trưng màu sẫm chỉ thị một mẫu thử được đốt nóng không đúng. Nếu sử dụng các đĩa bằng vật liệu bo nitrua để hạn chế về mặt cơ học vùng bị đốt nóng của mẫu thử thì một mẫu thử được đốt nóng đúng có thể không biểu lộ một vòng màu sẫm.

13.2 Đo các mẫu thử hai lần và báo cáo giá trị trung bình của các kết quả trong hai lần đo.

14 Tính toán

14.1 Khi sử dụng các kết quả trung bình thu được trong 13.2, tính toán thành phần theo khối lượng của các nguyên tố từ các đường cong phân tích đã triển khai trong 12.1.

14.2 Phải làm tròn các kết quả kiểm tra thu được khi sử dụng phương pháp kiểm này phù hợp với phương pháp làm tròn của quy trình kỹ thuật theo ASTM E 29 trừ khi khách hàng có quy định một phương pháp làm tròn khác hoặc áp dụng điều kiện kỹ thuật của vật liệu.

15 Độ chính xác và độ lệch

15.1 Các dữ liệu hỗ trợ có tại trụ sở của ASTM và có thể nhận được qua yêu cầu RR:E01-1122. Các dữ liệu kiểm tra giữa các phòng thí nghiệm được tóm tắt trong Bảng 3 đã được đánh giá phù hợp với quy trình kỹ thuật ASTM E 1601.

15.2 Độ chính xác – Có tám phòng thí nghiệm hợp tác với nhau để thực hiện phương pháp thử nghiệm này với mười ba mẫu thử chưa biết và thu được thông tin thống kê đã tóm tắt trong Bảng 3.

15.3 Độ lệch – Hiệu số giữa thành phần trung bình được xác định theo phương pháp này và các thành phần đã được chứng nhận để có độ lệch như đã được xác định trong nghiên cứu giữa các phòng thí nghiệm. Thông tin về độ lệch được cho trong Bảng 3.

Bảng 3 – Thông tin thống kê

Vật liệu	Số phòng thử nghiệm	Giá trị được chứng nhận, %	Dải X	r	R	Độ lệch
Nhôm						
Mẫu 1	7	0,016	0,0175	0,0034	0,0047	0,0015
Mẫu 2	7	0,041	0,0413	0,0037	0,0067	0,0003
Mẫu 3	8	0,015	0,0174	0,0013	0,0028	0,0024
Mẫu 4	8	0,018	0,0200	0,0006	0,0024	0,0020
Mẫu 5	8	0,062	0,0668	0,0042	0,0111	0,0048
Mẫu 6	8	0,0009	0,0023	0,0002	0,0022	0,0014
Mẫu 7	8	0,093	0,0890	0,0031	0,0152	-0,0040
Mẫu 8	7	0,021	0,0234	0,0015	0,0031	0,0024
Mẫu 9	7	0,03	0,0333	0,0017	0,0037	0,0033
Mẫu 10	8	0,024	0,0256	0,0009	0,0028	0,0016
Mẫu 11	8	0,027	0,0286	0,0010	0,0032	0,0016
Mẫu 12	8	0,017	0,0201	0,0012	0,0043	0,0031
Mẫu 13	7		0,0031	0,0010	0,0027	
Antimon						
Mẫu 1	7	0,027	0,0272	0,0026	0,0098	0,0002
Mẫu 2	5		0,0008	0,0007	0,0012	
Mẫu 3	7		0,0014	0,0009	0,0022	
Mẫu 4	6		0,0009	0,0007	0,0022	
Mẫu 5	6	0,0004	0,0011	0,0007	0,0024	0,0007
Mẫu 6	8	0,0025	0,0026	0,0011	0,0033	0,0001
Mẫu 7	8	0,006	0,0062	0,0011	0,0029	0,0002
Mẫu 8	7	0,002	0,0017	0,0007	0,0022	-0,0003
Mẫu 9	5		0,0006	0,0005	0,0011	
Mẫu 10	8	0,003	0,0019	0,0012	0,0037	-0,0011
Mẫu 11	6		0,0010	0,0008	0,0024	
Mẫu 12	8		0,0015	0,0008	0,0028	
Mẫu 13	7		0,0024	0,0010	0,0047	
Asen						
Mẫu 1	6	0,05	0,0459	0,0024	0,0116	-0,0041
Mẫu 2	6	0,003	0,0033	0,0008	0,0014	0,0003
Mẫu 3	7		0,0052	0,0008	0,0047	
Mẫu 4	7	(<0,005)	0,0004	0,0006	0,0009	
Mẫu 5	7	0,0035	0,0037	0,0008	0,0014	0,0002
Mẫu 6	7	0,0056	0,0071	0,0010	0,0021	0,0015
Mẫu 7	7	(0,005)	0,0065	0,0008	0,0048	
Mẫu 8	6	0,007	0,0074	0,0008	0,0037	0,0004
Mẫu 9	6		0,0041	0,0009	0,0034	
Mẫu 10	7	0,004	0,0053	0,0008	0,0035	0,0013
Mẫu 11	7	0,0044	0,0050	0,0009	0,0014	0,0006
Mẫu 12	7	0,007	0,0079	0,0012	0,0076	0,0009
Mẫu 13	6	0,07	0,0654	0,0077	0,0196	-0,0046
Bo						
Mẫu 1	4	(0,00002)	0,0002	0,0001	0,0002	
Mẫu 2	7	(0,0002)	0,0003	0,0001	0,0002	
Mẫu 3	8		0,0004	0,0001	0,0004	
Mẫu 4	8	(<0,0005)	0,0005	0,0001	0,0002	
Mẫu 5	7		0,0002	0,0001	0,0002	
Mẫu 6	8	0,0002	0,0003	0,0000	0,0002	0,000
Mẫu 7	8	0,0047	0,0045	0,0004	0,0020	-0,0002

Bảng 3 - *(Tiếp theo)*

Vật liệu	Số phòng thử nghiệm	Giá trị được chứng nhận, %	Dải X	r	R	Độ lệch
Mẫu 8	5		0,0002	0,0001	0,0005	
Mẫu 9	4		0,0003	0,0000	0,0004	
Mẫu 10	7		0,0002	0,0001	0,0002	
Mẫu 11	8		0,0003	0,0001	0,0004	
Mẫu 12	8	(0,0004)	0,0004	0,0001	0,0006	
Mẫu 13	7		0,0005	0,0001	0,0002	
Canxi						
Mẫu 1	3	(<0,0001)	0,0001	0,0001	0,0003	
Mẫu 2	4	(0,0005)	0,0001	0,0001	0,0001	
Mẫu 3	8		0,0003	0,0001	0,0003	
Mẫu 4	6	(0,001)	0,0002	0,0001	0,0002	
Mẫu 5	4	(<0,0005)	0,0001	0,0001	0,0002	
Mẫu 6	8	0,0012	0,0012	0,0003	0,0008	0,0000
Mẫu 7	8		0,0006	0,0001	0,0004	
Mẫu 8	7		0,0003	0,0002	0,0004	
Mẫu 9	7	0,002	0,0018	0,0004	0,0008	-0,0002
Mẫu 10	7	0,0003	0,0002	0,0001	0,0002	-0,0001
Mẫu 11	6		0,0001	0,0001	0,0002	
Mẫu 12	3	(0,0001)	0,0001	0,0000	0,0002	
Mẫu 13	7		0,0003	0,0003	0,0004	
Cacbon						
Mẫu 1	7	0,211	0,2169	0,0073	0,0252	0,0059
Mẫu 2	7	0,142	0,1525	0,0084	0,0230	0,0105
Mẫu 3	8	0,13	0,1384	0,0072	0,0167	0,0084
Mẫu 4	8	0,658	0,6605	0,0075	0,0163	0,0025
Mẫu 5	8	0,483	0,4892	0,0092	0,0124	0,0062
Mẫu 6	8	0,457	0,4687	0,0110	0,0156	0,0117
Mẫu 7	8	0,332	0,3251	0,0202	0,0279	-0,0069
Mẫu 8	7	0,128	0,1305	0,0045	0,0076	0,0025
Mẫu 9	7	0,12	0,1196	0,0039	0,0142	-0,0004
Mẫu 10	8	1,03	1,024	0,0170	0,0227	-0,006
Mẫu 11	8	0,255	0,2530	0,0072	0,0137	-0,0020
Mẫu 12	8	0,107	0,1114	0,0040	0,0115	0,0044
Mẫu 13	7	0,376	0,3593	0,0280	0,0280	-0,0167
Crôm						
Mẫu 1	7	0,081	0,0797	0,0020	0,0066	-0,0013
Mẫu 2	7	0,044	0,0444	0,0009	0,0051	0,0004
Mẫu 3	8	4,22	4,209	0,0327	0,3209	-0,011
Mẫu 4	8	0,16	0,1564	0,0030	0,0133	-0,0036
Mẫu 5	8	0,021	0,0190	0,0012	0,0035	-0,0020
Mẫu 6	8	0,098	0,0973	0,0013	0,0079	-0,0007
Mẫu 7	8	5,11	5,086	0,0432	0,3534	-0,024
Mẫu 8	7	2,09	2,095	0,0169	0,0832	0,005
Mẫu 9	7	2,56	2,557	0,0167	0,1249	-0,003
Mẫu 10	8	1,36	1,356	0,0221	0,0911	-0,004
Mẫu 11	8	0,34	0,3334	0,0023	0,0255	-0,0066
Mẫu 12	8	8,22	8,143	0,0789	0,8918	-0,077
Mẫu 13	7	0,062	0,0650	0,0083	0,0083	0,0030
Coban						
Mẫu 1	7	0,19	0,1885	0,0011	0,0217	-0,0015
Mẫu 2	7	0,005	0,0033	0,0002	0,0028	-0,0017

Bảng 3 - *(Tiếp theo)*

Vật liệu	Số phòng thử nghiệm	Giá trị được chứng nhận, %	Dải X	r	R	Độ lệch
Mẫu 3	8	0,011	0,0116	0,0006	0,0026	0,0006
Mẫu 4	8	0,0019	0,0020	0,0009	0,0024	0,0001
Mẫu 5	8	0,005	0,0038	0,0006	0,0025	-0,0012
Mẫu 6	8	0,0078	0,0072	0,0007	0,0032	-0,0006
Mẫu 7	8	0,006	0,0071	0,0009	0,0026	0,0011
Mẫu 8	7	0,01	0,0096	0,0006	0,0033	-0,0004
Mẫu 9	7		0,0088	0,0009	0,0029	
Mẫu 10	8	0,007	0,0068	0,0009	0,0028	-0,0002
Mẫu 11	8	0,01	0,0093	0,0009	0,0022	-0,0007
Mẫu 12	8	0,016	0,0160	0,0008	0,0041	0,0000
Mẫu 13	7		0,0061	0,0009	0,0032	
Đồng						
Mẫu 1	7	0,023	0,0231	0,0011	0,0030	0,0001
Mẫu 2	7	0,03	0,0339	0,0014	0,0034	0,0039
Mẫu 3	8	0,11	0,1151	0,0045	0,0101	0,0051
Mẫu 4	8	0,151	0,1518	0,0070	0,0146	0,0008
Mẫu 5	8	0,015	0,0145	0,0007	0,0032	-0,0005
Mẫu 6	8	0,299	0,2993	0,0039	0,0254	0,0003
Mẫu 7	8	0,057	0,0569	0,0025	0,0058	-0,0001
Mẫu 8	7	0,177	0,1784	0,0034	0,0104	0,0014
Mẫu 9	7	0,08	0,0797	0,0034	0,0061	-0,0003
Mẫu 10	8	0,106	0,1068	0,0081	0,0130	0,0008
Mẫu 11	8	0,11	0,1094	0,0049	0,0103	-0,0006
Mẫu 12	8	0,115	0,1190	0,0050	0,0097	0,0040
Mẫu 13	7	0,051	0,0511	0,0031	0,0047	0,0001
Mangan						
Mẫu 1	7	0,316	0,3153	0,0033	0,0130	-0,0007
Mẫu 2	7	1,12	1,148	0,0200	0,0373	0,028
Mẫu 3	8	0,44	0,4549	0,0058	0,0161	0,0149
Mẫu 4	8	0,82	0,8319	0,0176	0,0336	0,0119
Mẫu 5	8	0,72	0,7330	0,0081	0,0265	0,0130
Mẫu 6	8	0,772	0,7825	0,0116	0,0298	0,0105
Mẫu 7	8	0,169	0,1713	0,0033	0,0091	0,0023
Mẫu 8	7	0,441	0,4437	0,0066	0,0168	0,0027
Mẫu 9	7	0,55	0,5584	0,0075	0,0226	0,0084
Mẫu 10	8	0,33	0,3340	0,0075	0,0182	0,0040
Mẫu 11	8	1,42	1,445	0,0132	0,0551	0,025
Mẫu 12	8	0,333	0,3374	0,0028	0,0131	0,0044
Mẫu 13	7	0,8	0,8070	0,0251	0,0402	0,0070
Molipden						
Mẫu 1	7	0,05	0,0517	0,0016	0,0024	0,0017
Mẫu 2	7	0,008	0,0083	0,0002	0,0034	0,0003
Mẫu 3	8	0,47	0,4743	0,0095	0,0270	0,0043
Mẫu 4	8	0,019	0,0204	0,0009	0,0033	0,0014
Mẫu 5	8	0,005	0,0051	0,0004	0,0037	0,0001
Mẫu 6	8	0,0419	0,0417	0,0019	0,0026	-0,0002
Mẫu 7	8	1,28	1,307	0,0415	0,1200	0,027
Mẫu 8	7	0,89	0,9044	0,0163	0,0798	0,0144
Mẫu 9	7	1,02	1,035	0,0128	0,1032	0,015
Mẫu 10	8	0,044	0,0448	0,0013	0,0024	0,0008
Mẫu 11	8	0,42	0,4210	0,0103	0,0168	0,0010

Bảng 3 - *(Tiếp theo)*

Vật liệu	Số phòng thử nghiệm	Giá trị được chứng nhận, %	Dải X	r	R	Độ lệch
Mẫu 12	8	0,9	0,8976	0,0215	0,0490	-0,0024
Mẫu 13	7	0,2	0,1978	0,0228	0,0228	-0,0022
Niken						
Mẫu 1	7	0,43	0,4286	0,0044	0,0347	-0,0014
Mẫu 2	7	0,029	0,0316	0,0006	0,0027	0,0026
Mẫu 3	8	0,12	0,1290	0,0020	0,0091	0,0090
Mẫu 4	8	0,163	0,1682	0,0031	0,0116	0,0052
Mẫu 5	8	0,015	0,0146	0,0007	0,0031	-0,0004
Mẫu 6	8	0,154	0,1573	0,0018	0,0119	0,0033
Mẫu 7	8	0,445	0,4486	0,0074	0,0363	0,0036
Mẫu 8	7	0,197	0,1999	0,0021	0,0159	0,0029
Mẫu 9	7	0,25	0,2498	0,0033	0,0178	-0,0002
Mẫu 10	8	0,135	0,1356	0,0035	0,0115	0,0006
Mẫu 11	8	1,74	1,728	0,0237	0,0867	-0,012
Mẫu 12	8	0,123	0,1213	0,0023	0,0105	-0,0017
Mẫu 13	7	0,069	0,0694	0,0019	0,0071	0,0004
Niobi						
Mẫu 1	7	0,003	0,0031	0,0003	0,0013	0,0001
Mẫu 2	7	0,041	0,0415	0,0015	0,0074	0,0005
Mẫu 3	8	0,002	0,0064	0,0004	0,0028	0,0044
Mẫu 4	8	0,024	0,0245	0,0021	0,0048	0,0005
Mẫu 5	5	(<0,002)	0,0003	0,0002	0,0006	
Mẫu 6	7	0,0009	0,0005	0,0002	0,0007	-0,0004
Mẫu 7	8	0,122	0,1178	0,011	0,0215	-0,0042
Mẫu 8	7	(<0,003)	0,0036	0,0003	0,0018	
Mẫu 9	7		0,0044	0,0003	0,0018	
Mẫu 10	8		0,0021	0,0003	0,0015	
Mẫu 11	8		0,0013	0,0003	0,0022	
Mẫu 12	8	0,076	0,0839	0,0019	0,0139	0,0079
Mẫu 13	6		0,0005	0,0003	0,0006	0,0005
Nitơ						
Mẫu 1	7	0,0099	0,0083	0,0008	0,0048	-0,0016
Mẫu 2	7		0,0078	0,0010	0,0050	
Mẫu 3	8	0,018	0,0228	0,0684	0,0684	0,0048
Mẫu 4	6		0,0011	0,0004	0,0029	
Mẫu 5	8	0,0056	0,0040	0,0009	0,0050	-0,0016
Mẫu 6	8	0,0106	0,0099	0,0010	0,0055	-0,0007
Mẫu 7	8	0,0076	0,0094	0,0013	0,0054	0,0018
Mẫu 8	7	0,0097	0,0102	0,0012	0,0056	0,0005
Mẫu 9	7		0,0101	0,0009	0,0064	
Mẫu 10	8	0,0084	0,0075	0,0007	0,0048	-0,0009
Mẫu 11	8	0,0066	0,0071	0,0008	0,0051	0,0005
Mẫu 12	6	0,055	0,0564	0,0026	0,0233	0,0014
Mẫu 13	7		0,0106	0,0010	0,0051	
Phốt pho						
Mẫu 1	7	0,018	0,0170	0,0007	0,0043	-0,0010
Mẫu 2	7	0,016	0,0183	0,0012	0,0053	0,0023
Mẫu 3	8	0,017	0,0159	0,0008	0,0047	-0,0011
Mẫu 4	8	0,011	0,0112	0,0010	0,0043	0,0002
Mẫu 5	8	0,01	0,0090	0,0007	0,0029	-0,0010
Mẫu 6	8	0,0096	0,0101	0,0018	0,0034	0,0005

Bảng 3 - *(Tiếp theo)*

Vật liệu	Số phòng thử nghiệm	Giá trị được chứng nhận, %	Dải X	r	R	Độ lệch
Mẫu 7	8	0,006	0,0064	0,0008	0,0029	0,0004
Mẫu 8	7	0,012	0,0129	0,0008	0,0034	0,0009
Mẫu 9	7	0,01	0,0088	0,0006	0,0017	-0,0012
Mẫu 10	8	0,013	0,0164	0,0564	0,0567	0,0034
Mẫu 11	8	0,01	0,0087	0,0008	0,0019	-0,0013
Mẫu 12	8	0,008	0,0078	0,0008	0,0020	-0,0002
Mẫu 13	7	0,061	0,0584	0,0068	0,0105	-0,0026
Silic						
Mẫu 1	7	0,015	0,0127	0,0010	0,0071	-0,0023
Mẫu 2	7	0,058	0,0668	0,0012	0,0088	0,0088
Mẫu 3	8	0,27	0,2787	0,0043	0,0117	0,0087
Mẫu 4	8	0,5	0,4959	0,0074	0,0153	-0,0041
Mẫu 5	8	0,24	0,2251	0,0036	0,0094	-0,0149
Mẫu 6	8	0,21	0,2111	0,0030	0,0111	0,0011
Mẫu 7	8	0,775	0,7541	0,0157	0,0330	-0,0209
Mẫu 8	7	0,255	0,2520	0,0022	0,0100	-0,0030
Mẫu 9	7	0,32	0,3211	0,0039	0,0117	0,0011
Mẫu 10	8	0,32	0,3217	0,0057	0,0116	0,0017
Mẫu 11	8	1,54	1,519	0,0217	0,0612	-0,021
Mẫu 12	8	0,327	0,3322	0,0043	0,0197	0,0052
Mẫu 13	7	0,31	0,3044	0,0082	0,0135	-0,0056
Phốt pho						
Mẫu 1	7	0,005	0,0460	0,0024	0,3116	0,0410
Mẫu 2	7	0,008	0,0076	0,0008	0,0031	-0,0004
Mẫu 3	8	0,015	0,0146	0,0010	0,0021	-0,0004
Mẫu 4	8	0,012	0,0135	0,0018	0,0044	0,0015
Mẫu 5	8	0,025	0,0232	0,0039	0,0064	-0,0018
Mẫu 6	8	0,0234	0,0221	0,0035	0,0054	-0,0013
Mẫu 7	8	0,033	0,0321	0,0038	0,0063	-0,0009
Mẫu 8	7	0,026	0,0241	0,0026	0,0056	-0,0019
Mẫu 9	7	0,003	0,0013	0,0005	0,0014	-0,0017
Mẫu 10	8	0,014	0,0144	0,0032	0,0046	0,0004
Mẫu 11	8	0,004	0,0046	0,0007	0,0007	0,0006
Mẫu 12	8	0,008	0,0076	0,0005	0,0023	-0,0004
Mẫu 13	7	0,047	0,0454	0,0082	0,0112	-0,0016
Thiếc						
Mẫu 1	7	0,061	0,0588	0,0011	0,0079	-0,0022
Mẫu 2	7	0,002	0,0028	0,0008	0,0022	0,0008
Mẫu 3	8	0,008	0,0073	0,0003	0,0014	-0,0007
Mẫu 4	8	0,026	0,0263	0,0010	0,0028	0,0003
Mẫu 5	7	(0,0006)	0,0015	0,0002	0,0014	
Mẫu 6	8	0,0124	0,0127	0,0006	0,0016	0,0003
Mẫu 7	8	0,005	0,0049	0,0003	0,0023	-0,0001
Mẫu 8	7	0,013	0,0135	0,0003	0,0015	0,0005
Mẫu 9	7		0,0047	0,0002	0,0019	
Mẫu 10	8	0,006	0,0064	0,0010	0,0013	0,0004
Mẫu 11	8	0,006	0,0075	0,0003	0,0013	0,0015
Mẫu 12	8	0,009	0,0094	0,0021	0,0022	0,0004
Mẫu 13	7	0,054	0,0481	0,0043	0,0062	-0,0059
Titan						
Mẫu 1	7	0,004	0,0036	0,0002	0,0008	-0,0004

Bảng 3 - *(Kết thúc)*

Vật liệu	Số phòng thử nghiệm	Giá trị được chứng nhận, %	Dải X	r	R	Độ lệch
Mẫu 2	7	0,008	0,0076	0,0003	0,0009	-0,0004
Mẫu 3	8	0,003	0,0036	0,0002	0,0005	0,0006
Mẫu 4	8	0,015	0,0156	0,0011	0,0016	0,0006
Mẫu 5	7	(0,001)	0,0011	0,0001	0,0006	
Mẫu 6	8	0,0009	0,0009	0,0001	0,0006	0,0000
Mẫu 7	8	0,034	0,0358	0,0028	0,0040	0,0018
Mẫu 8	7	(0,001)	0,0012	0,0001	0,0006	
Mẫu 9	7		0,0017	0,0001	0,0006	
Mẫu 10	8	0,003	0,0020	0,0010	0,0012	-0,0010
Mẫu 11	8	0,003	0,0037	0,0004	0,0007	0,0007
Mẫu 12	8	(0,002)	0,0027	0,0001	0,0006	
Mẫu 13	7	0,01	0,0112	0,0022	0,0028	0,0012
Vanadi						
Mẫu 1	7	0,01	0,0106	0,0008	0,0019	0,0006
Mẫu 2	7	0,012	0,0122	0,0007	0,0024	0,0002
Mẫu 3	8	0,016	0,0194	0,0008	0,0021	0,0034
Mẫu 4	8	0,012	0,0124	0,0010	0,0030	0,0004
Mẫu 5	7	(<0,002)	0,0012	0,0002	0,0014	
Mẫu 6	8	0,0295	0,0298	0,0009	0,0029	0,0003
Mẫu 7	8	0,802	0,8233	0,0205	0,0403	0,0213
Mẫu 8	7	0,003	0,0036	0,0005	0,0013	0,0006
Mẫu 9	7	0,015	0,0134	0,0009	0,0020	-0,0016
Mẫu 10	8	0,005	0,0046	0,0004	0,0015	-0,0004
Mẫu 11	8	0,003	0,0020	0,0003	0,0020	-0,0010
Mẫu 12	8	0,236	0,2366	0,0062	0,0163	0,0006
Mẫu 13	7		0,0036	0,0025	0,0031	
Ziriconi						
Mẫu 1	6	(0,01)	0,0278	0,0096	0,0108	
Mẫu 2	6	0,022	0,0173	0,0055	0,0061	-0,0047
Mẫu 3	7		0,0005	0,0002	0,0019	
Mẫu 4	7		0,0003	0,0001	0,0006	
Mẫu 5	7		0,0002	0,0001	0,0004	
Mẫu 6	7	0,0007	0,0003	0,0001	0,0005	-0,0004
Mẫu 7	7	0,052	0,0513	0,0126	0,0190	-0,0007
Mẫu 8	5		0,0004	0,0001	0,0015	
Mẫu 9	6		0,0005	0,0006	0,0023	
Mẫu 10	7		0,0003	0,0002	0,0008	
Mẫu 11	7		0,0003	0,0001	0,0011	
Mẫu 12	7	(0,001)	0,0007	0,0001	0,0034	
Mẫu 13	6		0,0003	0,0001	0,0006	